

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-188829

⑪ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)8月4日

G 11 B 5/858
C 23 C 18/32
C 23 F 17/00
C 25 D 7/00
G 11 B 5/704
5/82

7350-5D
7128-4K
8019-4K
K-7325-4K
7350-5D
7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 下地メッキの耐食性向上方法

⑮ 特 願 昭62-22149

⑯ 出 願 昭62(1987)2月2日

⑰ 発 明 者 黒 住 忠 利 神奈川県川崎市川崎区扇町5-1 昭和電工株式会社化学
品研究所内

⑱ 出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門2丁目10番12号

⑲ 代 理 人 弁理士 志賀 正武 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

下地メッキの耐食性向上方法

2. 特許請求の範囲

磁気ディスクの製造において、素地のアルミニウム板表面に下地メッキを施した後のベーキングを、 $10^{-4} \sim 10^{-7}$ Torrの真空中で行なうことを特徴とする下地メッキの耐食性向上方法。

3. 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

本発明は磁気ディスクの製造に際し、素地のアルミニウム板に下地メッキを施した後、このメッキの耐食性を向上させるために行なわれる処理方法に関する。

「従来技術」

磁気ディスク装置は、コンピューターシステムでの記憶装置として、その重要性は年々高まっており、その小型化、低価格化を目標として磁気記録媒体の高密度化が要望されている。

磁気ディスクは、素地のアルミニウム板の面を磁気媒体(メッキ法の場合 CoNiP、スパッタ法の場合、CoNi、CoNiCrなど)で被覆して製造されるが、両者の密着性を向上させるため、間に下地メッキ層を介在させる。

下地メッキ層は、通常 NiP 無電解メッキによって、厚さ $20 \sim 100 \mu\text{m}$ に形成されるが、NiにPを8~12wt%含有しており、非磁性で、高耐食性を有する。この下地メッキの耐食性を向上させることは、磁気ディスクの寿命を延ばす上で極めて重要であり、下地メッキを行なう技術を向上させることが必要であるとともに、メッキ後のベーキング処理が下地メッキの耐食性に大きな影響があり、さらに優れた下地メッキを開発すべく、精力的な研究が進められている。

従来、ベーキング処理は、ハードディスクにおいては、クリーンオープンが使用され、大気雰囲気、常圧下、 $100 \sim 200^\circ\text{C}$ 、 $1 \sim 3 \text{ hr}$ の条件で行なわれている。この処理により、吸蔵水素を除去するとともに、メッキの応力を均一化し、

耐食性が向上するが、ベーキング条件は、下地メッキのPの含有量によって、上記範囲内で変えられている。

「発明が解決しようとする問題点」

ところで、ハードディスクはフロッピーディスクと異なり、コンピュータから磁気ディスクを取り出すことなく、コンピュータの一部として使用されるもので、磁気ディスクの寿命は、コンピュータの寿命に直結する。また、ハードディスクが用いられているコンピュータは、一般家庭においても使用されるため、世界各国の環境条件に耐えるものであることが必要である。

上記磁気ディスクの腐食は、表面から発生するものもあるが、下地メッキが腐食されることが原因となって発生することが多い。例えば、前処理の際使用される酸がピンホール等に僅か残存し、これによって腐食が開始され、素地アルミニウムに達すると、アルミニウムは酸に弱いため、容易に腐食が広がり、下地メッキとの密着が不良となる。密着が不良となると下地メッキの応力によ

用された酸など、腐食開始の要因となるものが完全に除去される。

「実施例」

本発明においては、素地のアルミニウムに、NIPの無電解メッキを施した後のベーキングを、 $10^{-4} \sim 10^{-7}$ の真空度で行なうことが必要である。この際、ベーキング中の真空度を高めてゆくに従って耐食性は増加するが、 10^{-4} Torr以下の真空度ではその効果が充分でなく、 10^{-7} Torr以上の真空度としてもその効果は上昇せず、経済的でない。

また、ベーキングの温度および時間は、従来行なわれているクリーンオープンによるベーキング法と同様、 $100 \sim 200^{\circ}\text{C}$ 、 $1 \sim 3$ hrの条件下で行なわれる。温度が 100°C 未満では耐食性を向上させる効果が少なく、 200°C を超えると、市販のハードディスク用メッキ浴を用いた場合、磁性を生ずるものがある。

また、ベーキング時間は、上記温度範囲を用いた場合、温度が低くとも時間を長くすれば、温度

でふくらみが発生し、磁気媒体もふくらんで使用できなくなるが、従来のベーキング方法は、下地メッキの腐食を防止する効果が充分でなかった。

本発明者は、上記の問題点を解決すべく鋭意研究した結果、ベーキングを減圧下で行なうと下地メッキの耐食性が向上することを発見した。

本発明は、上記の発見に基づいてなされたもので、素地アルミニウムと、磁性媒体とを密着させ、しかもほぼ永久的に腐食を発生することのない下地メッキが得られる下地メッキの耐食性向上方法を提供することを目的とする。

「問題点を解決するための手段」

本発明は上記の目的を達成すべくなされたもので、その要旨は、磁気ディスクの製造において、素地アルミニウムの表面に下地メッキを施した後のベーキングを、 $10^{-4} \sim 10^{-7}$ Torrの真空下で行なう下地メッキの耐食性向上方法にある。

「作用」

本発明は、下地メッキのベーキングを $10^{-4} \sim 10^{-7}$ Torrの真空下で行なうので、前処理に使

を高く、時間を短くした場合と同様な効果がある。例えば、 150°C で3 hr処理するより、 6 hr処理した下地メッキの方が耐食性は高いが、 200°C で3 hr処理しても同じ耐食性が得られるものもある。しかし、ベーキング時間が短い方が、オープンの使用効率が高くなり、経済的である。

また、ベーキングを真空下で行なった後、これを空気雰囲気中で常温、常圧に戻しても耐食性の向上効果は顕著であるが、表面が酸化され、磁性特性が不良となることがあり、真空中でベーキングを行なった後、 N_2 、 Ar 等の不活性ガスを導入し、この雰囲気気を保持してオープン内を常温、常圧に戻した後、取出すのが好ましい。

また、下地メッキの耐食性判定には、下地メッキが相当高い耐食性を有するため、通常のメッキの優劣判定に用いられる塩水噴霧試験やヒートショック試験では益が認められず不適當である。そのため塩水噴霧試験に代えて、これをさらにハードにした侵蝕試験が用いられる。用いられる侵蝕液としては、下地メッキ表面に残る可能性の多い、

例えばHCl水溶液等が適当である。

比較方法は、素地のアルミニウム板に下地メッキを施し、面を鏡面研摩した後、ベーキングを行ない、これを所定濃度のHCl等の水溶液に所定時間浸漬して取出し、鏡面の变化した部分を目視によって判定し、その面積の全面積に対する割合を%によって示すことによって耐食性を比較した。

実施例1

素地アルミニウム板を磁気ディスク用の非磁性NiPメッキ浴に3hr浸漬してPの含有量が11.5wt%、厚み3.6 μ mの下地メッキを施し、鏡面研摩した後、これを真空オーブン中で真空度を変え、150°C、2hrのベーキングを行なった。ベーキング終了後、オーブン中にN₂を導入し、N₂雰囲気において常温、常圧にもどした。この下地メッキしたアルミニウム板を、2wt%のHCl水溶液に48hr浸漬し、耐食性を測定した。各真空度と耐食性の関係を第1図に示す。第1図より明らかなように10⁻⁴～10⁻⁷Torrの間では耐食性が飽和していることがわかる。

に48hr浸漬し、耐食性を測定した。各真空度と耐食性の関係を第3図に示す。第3図より明らかなように10⁻⁴～10⁻⁷Torrの間では耐食性が飽和していることがわかる。

実施例4

5wt%のNaCl水溶液に96hr浸漬して耐食試験を行なった他は実施例1と同じにして真空度と耐食性の関係を求めた。結果を第4図に示す。第4図より明らかなように、HCl水溶液を用いた場合とその傾向は同じであるが、耐食性は高い様な結果となる。したがって、耐食性の差を比較する場合には、差が大きく現われるHCl水溶液が適当である。

実施例5

ベーキング温度を、100°C、175°C、200°Cとした他は、実施例1と同じにして、各温度における真空度と、耐食性との関係を求め、各温度をパラメータとして第5図に示す。第5図より、温度が高い程耐食性が増大し、また、真空度が10⁻⁴～10⁻⁷Torrの間で耐食性がほぼ

実施例2

ベーキングの際の真空度を10⁻⁸Torrとし、ベーキング温度を100～200°Cに変えた他は、実施例1と同じにして、ベーキング温度と耐食性との関係を求めた。結果を第2図に示す。第2図より明らかなように、温度が高くなるにしたがって耐食性が増加する。また、この範囲の温度では、真空度を10⁻⁸Torrとしても下地メッキの非磁性特性が劣化することなく、表面が硬化したり、クラックが入ったりする表面状態の悪化は認められなかった。

実施例3

素地アルミニウム板を磁気ディスク用非磁性NiPメッキ浴に3hr浸漬してPの含有量12.5wt%、厚み3.6 μ mの下地メッキを施し、鏡面研摩した後、これを真空オーブン中で真空度を変え、150°C、2hrのベーキングを行なった。ベーキング終了後、オーブン中にN₂を導入し、N₂雰囲気において常温、常圧にもどした。この下地メッキしたアルミニウム板を、2wt%のHCl水溶液

飽和することがわかる。

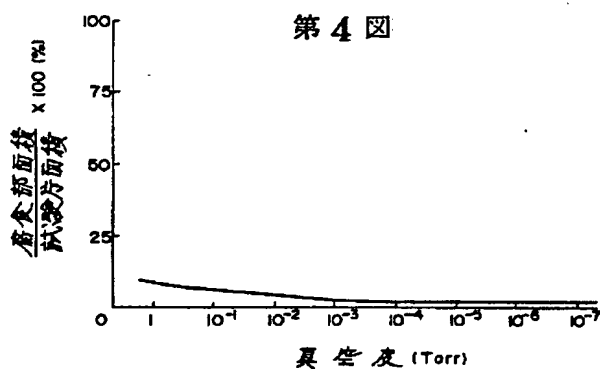
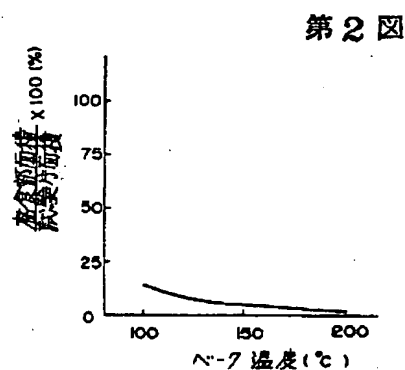
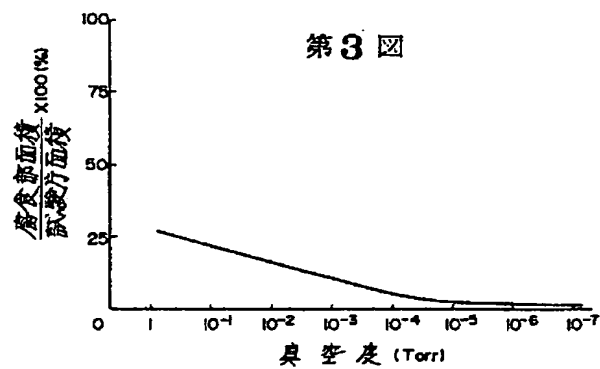
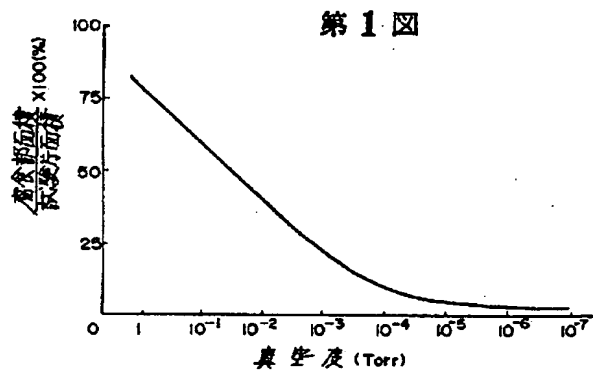
「発明の効果」

以上述べたように、素地アルミニウムに下地メッキを施した後のベーキングを10⁻⁴～10⁻⁷Torrの真空中で行なう本発明に係る下地メッキの耐食性向上方法は、下地メッキの耐食性を大幅に高め、磁気ディスクの寿命をほぼ永久的なものとする効果があり、コンピュータ工業分野に寄与することが極めて大きい。

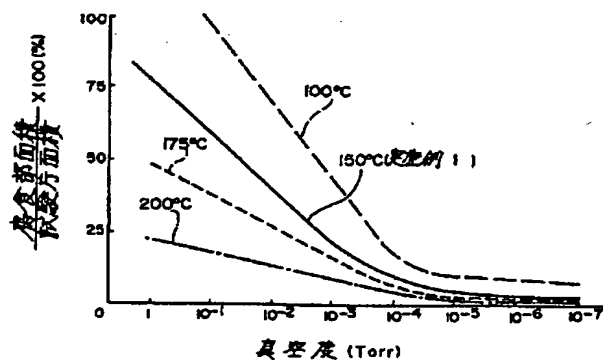
4. 図面の簡単な説明

第1図は実施例1における真空度と耐食性の関係を示す図、第2図は実施例2におけるベーキング温度と耐食性の関係を示す図、第3図は実施例3における第1図相当図、第4図は実施例4における第1図相当図、第5図は温度を変え、これをパラメータとした第1図相当図である。

出願人 昭和電工株式会社



第5図



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-188829

(43)Date of publication of application : 04.08.1988

(51)Int.Cl.

G11B 5/858
 C23C 18/32
 C23F 17/00
 C25D 7/00
 G11B 5/704
 G11B 5/82

(21)Application number : 62-022149

(71)Applicant : SHOWA DENKO KK

(22)Date of filing : 02.02.1987

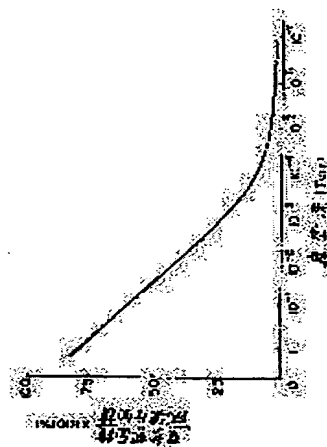
(72)Inventor : KUROZUMI TADATOSHI

(54) IMPROVEMENT OF CORROSION RESISTANCE OF UNDERLYING PLATING

(57)Abstract:

PURPOSE: To greatly enhance the corrosion resistance of underlying plating and to extend the life of a magnetic disk by subjecting the surface of an aluminum sheet which is a stock to underlying plating then to baking in 10-4W10-7Torr vacuum at the time of producing a magnetic disk.

CONSTITUTION: The stack aluminum sheet is immersed for 3hr in a nonmagnetic NiP plating bath for the magnetic disk, by which the underlying plating contg. 11.5wt.% P is formed thereon to 36 μ m thickness. After the plating is polished to a specular surface, the plating is baked for 2hr, at 150° C in a vacuum over with a vacuum degree as a parameter. N₂ is introduced into the oven upon ending of baking and the atmosphere therein is restored to an ordinary temp. and atm. pressure. The vacuum degree in the oven at the time of the baking attains 10-4W10-7Torr when the aluminum sheet treated in such a manner is subjected to a corrosion resistance test after the sheet is immersed for 48hr in a 2wt.% hydrochloric acid soln. The result indicates that the treatment is optimum.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(11) Japanese Unexamined Patent Application Publication No.
63-188829

The underplating layer is usually formed to have a thickness of 20 to 100 μm by electroless plating using NiP. The underplating layer is composed of Ni and 8 to 12 wt% of P, is nonmagnetic, and has high corrosion resistance. Increasing the corrosion resistance of the underplating layer is particularly important for extending the lifetime of the magnetic disk. Thus, the technique of underplating must be improved. Moreover, baking treatment after the plating significantly affects the corrosion resistance of the underplating; hence, vigorous studies are being made to develop underplating having higher quality.

The material aluminum substrate was dipped in a nonmagnetic NiP plating bath for magnetic disks for 3 hours to form underplating having a P content of 11.5 wt% and a thickness of 36 μm .

The material aluminum substrate was dipped in a nonmagnetic NiP plating bath for magnetic disks for 3 hours to form underplating having a P content of 12.5 wt% and thickness of 36 μm .